

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

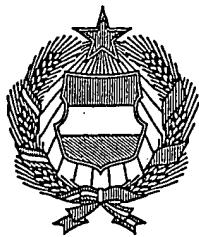
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL

Bejelentés napja: 1972. VI. 14. (HI—327)

Nemzetközi osztályozás:  
C 09 k 3/14

Közzététel napja: 1973. VIII. 28.

Megjelent: 1975. X. 31.

Feltalálók:

Farkas Miklós okl. vegyésmérnök, 25%,  
Fikár Endréne vegyésztéchnikus, 25%,  
Rózsa Pálné okl. vegyész, 25%,  
Zoltai Gyula technikus, 25%,  
Budapest

Tulajdonos:

Híradástechnikai  
Ipari Kutató Intézet,  
Budapest

Eljárás félvezető anyag polírozására alkalmas sziliciumdioxid alapú  
szuszpenzió előállítására

1

Találmányunk sziliciumdioxid alapú szuszpenzió előállítási eljárására vonatkozik, amely szuszpenzióval kémiai-mechanikai eljárással polírozzuk a félvezetőgyártásnál használatos szilicium egykristályszeletek felületét.

Ismertes, hogy az egykristályos félvezető alapanyagok kemények és ridegek, megmunkálásuk csak koptató jellegű eljárásokkal lehetséges. Az egyes műveletek: vágás, csiszolás és polírozás. A kiindulási anyag egykristályos öntecs, ezekből pl. gyémántvágóelű fűrészlapokkal vágják az adott vastagságú és kristálytani orientációjú szeleteket. Csiszoláskor a vágott szeletekről a vágás folyamán keletkezett sérült felületi réteget eltávolítják, és létrehozzák a sík-párhuzamos felületet.

A csiszolási eljárás folyamán ismét keletkezik sérült réteg, ez azonban lényegesen kisebb vastagságú, mint amely a vágás hatására keletkezett. A polírozás műveletének feladata az, hogy a csiszolásnál keletkezett sérült réteget minimálisra levékonysítsa, gyakorlatilag eltávolítsa és olyan tükkörfényes kárcmentes felületet alakítson ki, amelyen a kiemelkedések  $0,1 \mu\text{m}$ -nél kisebbek.

A mechanikai polírozáshoz legalterjedtebben a gyémántlapú és alumíniumoxid-alapú polírozó anyagok használatosak. A szubmikron szemcsézettségű gyémántporok, amelyeket általában pasztaszérű anyagba keverve hoznak for-

2

galomba, igen jó hatásfokukat. Alkalmazásukat azonban egyrészt a költségességek, másrészt az á tény korlátozza, hogy a látszólag aükörfényesre polírozott felület mindig tartalmaz mikroszkópikus méretű kárcokat. Ezért, ha jó hatásfoka miatt alkalmazzák is a polírozáshoz, minden beiktatnak befejező műveletként valamely más anyaggal való utópolírozást. Az alumíniumoxidálapú polírozó anyagok a mechanikai polírozás ismert és elterjedten használt anyagai.

Jellemző azonban, hogy az így megmunkált félvezető felületen minden található egy igen vékony sérült réteg, pl. szilícium esetében ez legfeljebb  $0,2 \mu\text{m}$ , de kisebb keménységű alapanyagok pl. permániument annál vastagabb. A korund alapú polírozó anyagok hátrányos jellemző sajátsága továbbá az, hogy polírozás folyamán a polírozó anyagszemcsék beágyazódnak a polírozott anyag felületi rétegébe.

20 A 20 szóval jelzett részben a polírozás folyamán a polírozó anyagszemcsék beágyazódnak a polírozott anyag felületi rétegébe. 20 Ez a fenti káros felületi hatások elkerülése más technológiai megoldások alkalmazását tettek szükségessé, ilyen a félvezető egykristályoknál a kémiai-mechanikai polírozás. Ez egy olyan összetett eljárás, amelynek során a mechanikai polírozás mellett kémiai maratás is létrejön.

25 A 25 szóval jelzett részben a polírozás folyamán a polírozó anyagszemcsék beágyazódnak a polírozott anyag felületi rétegébe. Ez a fenti káros felületi hatások elkerülése más technológiai megoldások alkalmazását tettek szükségessé, ilyen a félvezető egykristályoknál a kémiai-mechanikai polírozás. Ez egy olyan összetett eljárás, amelynek során a mechanikai polírozás mellett kémiai maratás is létrejön.

Átfogó ismertetést ad a megmunkálási tech-

felületi feszültségét az alkoholtartalom szabályozza, amely alkohol szénatomszámával áratnyosan nagyobbodik a pörusok átmérője, ill. térfogata. A csapadék tömötségét a gélváz szilárdsága határozza meg, amit a pörusok mérete, a részecskék mérete, és az összekapcsolódás foka befolyásol.

A finomszemcsés szilíciumdioxid csapadék előállítása rendkívül összetett folyamat, így a kezvező tulajdonságú termék kialakítását mind az elegykoncentrációk, mind a hidrolízis körülményei meghatározzák. A hidrolízis lefolytatásához a reakcióegyben a víztartalmat 35—85 mól%, a gyenge szervetlen bázis előnyösen ammóniumhidroxid koncentrációját 2—30 mól% és a vizzel elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1—4 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keverékének koncentrációját 3—45 mól% közé állítjuk be. Az alkilortoszilikát mennyiségét a lefolytatandó reakció határozza meg. A reakciótermékként kapott finomszemcsés szilíciumdioxid csapadék a vizes közegtől elkülönítve pl. Nutch-szűrőn, vizes mosással, légszáraz állapotban tetszőleges időn keresztül a felhasználásig tárolható. Felhasználáskor a leírt módon előállított finomszemcsés szilíciumdioxid csapadék tetszőleges mennyiségéből vizes szuszpenziót készítünk, amely bázisosságát a polírozó művelethez szükséges pH 10—12 értékét kvaterner ammóniumbázissal, amely az oldatban közel teljes mértékben disszociál szerves kationra OH<sup>-</sup> anionra, állítjuk be. A bázisos oldatban a negatív töltésű szilíciumdioxid részecske a kation pozitív töltésű poláris részét vonza, a hidrofob-hidrokarbon gyökök pedig egymással egyesülve adszorpciós monoréteget alkotnak. Az 1—6 szénatomszámánál nagyobb szénatomszámú kvaterner ammóniumbázisok szférikus gátló hatások miatt nem alkalmásak.

#### 1. példa:

A finomszemcsés SiO<sub>2</sub> csapadékot tetraethylortoszilikát elhidrolizáltatásával állítjuk elő. A reakcióegy összetétele: n-butilalkohol 12,1 mól%, NH<sub>3</sub> tartalom (25%-os ammóniumhidroxidot alkalmazva) 20,6 mól%, víztartalom 58,60 mól% az elhidrolizálásra tetraethylortoszilikát mennyisége a reakcióegy összetételére számítva 8,7 mól%. A reakciókomponensek elegyítése után a hidrolízis azonnal megindul és állandó keverés mellett mintegy 15—20 perc múlva befejeződik. Az elegyből 24 óra állás után különítjük el a reakcióterméket Nutch-szűrőn való vizes mosással és levegő átszivatással. A port légszáraz állapotban tároljuk.

A kapott szilíciumdioxid por szemcsemérete 0,02±0,01 μm. A polírozó szuszpenzió előállítására 15 súly%-os vizes szuszpenziót készítünk, amelyet pH=11 értékre beállítunk tetramétilammóniumhidroxid 10%-os vizes oldatával.

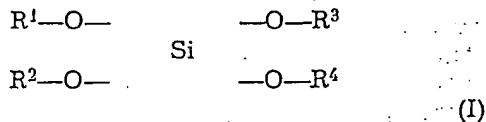
#### 2. példa:

A finomszemcsés SiO<sub>2</sub> csapadékot tetrapentilortoszilikát elhidrolizáltatásával állítjuk elő. A reakcióegy összetétele: etilalkohol 17,10 mól%, ammóniatartalom (25%-os ammóniumhidroxidot alkalmazva) 18,70 mól%; víztartalom 53,10 mól% az elhidrolizálásra tetrapentilortoszilikát (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>O<sub>4</sub>Si) mennyisége a reakcióegy összetételére vonatkoztatva 11,10 mól%. A reakció kivitelezése az 1. példában leírtakkal azonos. A kapott szilíciumdioxid por szemcsemérete 0,04±0,01 μm. A polírozó szuszpenzió előállításánál vagy az 1. példában foglaltak szerint járunk el vagy 20%-os vizes szuszpenziót készítünk, amelyet pH 9,5 vagy 11,5 értékre trimetil-benzil-ammóniumhidroxid 40%-os metilalkoholos oldatával állítunk be.

Találmányunk legfőbb előnye, hogy olcsó, viszonylagos egyszerű reakcióval, és általában használatos vegyületekkel tudunk 0,01—0,05 μm szemcseméretű szilíciumdioxid csapadékot előállítani. A reakcióegy összetételének helyes megválasztásával a finomszemcsés csapadék olyan morfológiájú, hogy az légszáraz állapotban szerkezeti változás nélkül tetszőleges ideig tárolható. A szilíciumdioxid szerkezete biztosítja vizes oldatban a jó rezsuspendálhatóságot, az előállított szuszpenzió enyhén bázikus, és a részecskék töltése negatív. A polírozó szuszpenzió lúgosságának pH=10—12 értékre kvaterner ammóniumbázissal történő beállítása előnyös, mivel kvaterner ammóniumbázis majdnem teljes mértékben OH<sup>-</sup> anionra és szerves kationra disszociál, ez irányított adszorpciójánál fogva stabilizáló hatást fejt ki. Így a stabilizált szilíciumdioxid szuszpenzióban gélképződés nem történik, és az elsődlegesen kialakított finomszemcsés csapadék morfológiája változatlan marad. A polírozóanyag megőrzi az előállításnál biztosított kedvező szerkezeti tulajdonságokat, és így külön mechanikai előpolírozás nélkül alkalmás a félvezető szilícium egykristályok mechanikailag sérült felületi rétegeinek eltávolítására, karcmentes, tükörfényes felület létrehozására.

#### Szabadalmi igénypontok:

1. Eljárás félvezető anyag főleg szilícium polírozására alkalmás szilíciumdioxid alapú szuszpenzió előállítására azzal jellemzve, hogy víz, azzal elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1—6 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keveréke, továbbá gyenge szervetlen bázis előnyösen ammóniumhidroxid által képzett oldatban (I) általános képletű alkil ortoszilikát vegyületet



**Magyar cím:**

**Eljárás félvezető anyag polirozására alkalmas sziliciumdioxid alapú szuszpenzió előállítására**

**Bejelentő:**

Híradástechnikai Ipari Kutató Intézet, Budapest, HU

**Feltaláló:**

Farkas Miklós, Budapest, HU

Fikár Endréné, Budapest, HU

Rózsa Pálné, Budapest, HU

Zoltai Gyula, Budapest, HU

**Kivonat:**

Találomnyunk sziliciumoxid alapú szuszpenzió olcsó előállítási eljárására vonatkozik, amely szuszpenzióval kémiai-mechanikai eljárással polírozzuk a félvezető gyártásnál használatos szilicium egykristály szeletek felületét.

Találomnyunk szerinti eljárásnál víz, azzal elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1-6 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keveréke, továbbá gyenge szervetlen bázis előnyösen ammóniumhidroxid által képzett oldatban (I) általános képletű alkil ortoszilikát vegyületet

ahol

R 1, R 2, R 3 és R 4 egymástól függetlenül 1-5 szénatomszámú alkil csoportot jelent, hidrolizáltatunk, a reakcióterméket az oldatból 12-36 óra célszerűen 24 óra elteltével ismert módon például Nutch szűrőn vizes mosással és levegő átszívással elkülönítjük, majd a kapott finomeloszlású csapadékból fölhasználáskor pH 10-12 értékre beállított vizes szuszpenziót készítünk.

A hidrolizis lefolytatásához a reakcióelegyben a víztartalmat 35-85 mól%, a gyenge szervetlen bázis előnyösen ammóniumhidroxid koncentrációját 2-30 mól% és a vízzel elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1-6 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazóláncú alkohol vagy azok keverékének koncentrációját 3-45 mól% közé állítjuk be.

A vizes szuszpenzió pH 10-12 értékét erős lúggal vagy azok keverékével, célszerűen (II) általános képletű kvatermer ammóniumbázis

- ahol

R 1, R 2, R 3, R 4 egymástól függetlenül 1-6 szénatomszámú alkil vagy aralkil csoportot jelent - vizes vagy alkoholos oldatával állítjuk be.